

## ⑫ 公開特許公報 (A) 昭63-97226

⑯ Int.CI.<sup>4</sup>B 01 J 19/12  
B 22 F 9/12

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)4月27日

6639-4G  
Z-6554-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

## ⑭ 発明の名称 超微粒子の製造装置

⑯ 特願 昭61-241260

⑯ 出願 昭61(1986)10月13日

⑯ 発明者 仲田 清和	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号	日本钢管株式会社 内
⑯ 発明者 小野 守章	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号	日本钢管株式会社 内
⑯ 発明者 小菅 茂義	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号	日本钢管株式会社 内
⑯ 発明者 渡邊 之	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号	日本钢管株式会社 内
⑯ 出願人 日本钢管株式会社	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号	
⑯ 代理人 弁理士 佐々木 宗治	外1名	

## 明細書

## 1. 発明の名称

超微粒子の製造装置

## 2. 特許請求の範囲

金属又はセラミックス等からなる蒸発源と、蒸発源を回転揺動させる蒸発源保持手段と、蒸発源と蒸発源保持手段とを内部に配設し、レーザビームを透過させて蒸発源に照射させるビーム透過窓を備え、内部を反応雰囲気に調整できる真空槽と、真空槽の内部を蒸発源の上方に設けた排気ポートを介して真空引きする排気手段と、真空槽の排気系の途中に設けられ、蒸発源にレーザビームを照射して製造された超微粒子を回収する超微粒子回収手段とを具備してなることを特徴とする超微粒子の製造装置。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は粉末成形体、機能性薄膜あるいは基材表面のコーティング等に用いられる金属又はセラミックス等の超微粒子を製造する超微粒子

の製造装置に関する。

## (従来の技術)

一般に金属又はセラミックス等の粉末のうち、粒径が  $1 \mu m$  以下の固体粒子を超微粒子と呼ぶが、比表面積（容積に対する表面積の割合）が大きいため、一般的の微粒子には認められない特異な性質を有する。即ち、超微粒子は化学的活性が強いばかりでなく、熱的、電気的、磁気的、光学的にも興味深い性質を示し、触媒、電子素子、磁気素子、生物医学機能素子への応用を考えられている。

従来の超微粒子の製造方法としては、ガス中蒸発法、化学気相法、アークプラズマ法などがある。

## (発明が解決しようとする問題)

上記のような従来の超微粒子の製造方法においては、高融点金属、セラミックスの超微粒子の製造が困難であり、また生成粒子の凝集が起こり易いため、粒径が大きくなり、かつ粒度分布が比較的大きく、コスト高であるという問題

点があった。更に、目的物質を含んだ適切な蒸発源材料が必要なため、製造可能な物質が限定されると共に装置、生成条件の影響が大きく、均質な超微粒子が得られないという問題点があった。

本発明はかかる問題点を解決するためになされたもので、高融点金属、セラミックス等の均質な超微粒子の製造が容易で、しかも均一な粒径の超微粒子を能率的に製造することができる超微粒子の製造装置を得ることを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明に係る超微粒子の製造装置は、金属又はセラミックス等からなる蒸発源と、蒸発源を回転揺動させる蒸発源保持手段と、蒸発源と蒸発源保持手段とを内部に配設し、レーザビームを透過させて蒸発源に照射させるビーム透過窓を備え、内部を反応雰囲気に調整できる真空槽と、真空槽の内部を蒸発源の上方に設けた排気ポートを介して真空引きする排気手段と、真空槽の排気系の途中に設けられ、蒸発源にレーザ

3

ビームを照射して製造された超微粒子を回収する超微粒子回収手段とを具備するように構成したものである。

〔作用〕

本発明においては、レーザビームをビーム透過窓を通して真空槽内に導光し、金属又はセラミックス等からなる蒸発源に照射すると蒸発源はレーザビームを吸収し、蒸発する。真空槽内の真空あるいは反応雰囲気下で蒸発した蒸気は急冷され、凝固して超微粒子となる。この超微粒子を真空槽の排気系の途中に設けられた超微粒子回収手段で捕捉して回収する。

〔実施例〕

第1図はこの発明の一実施例を示す概略構成図、第2図は超微粒子回収装置を示す概略構成図である。

図において、(1)は金属又はセラミックス等からなる蒸発源、(2)は蒸発源(1)を保持して回転揺動させる蒸発源保持装置、(3)は内部を反応雰囲気に調整できる真空槽で、内

4

超微粒子回収用フィルタである。

次に、本発明の超微粒子の製造装置の動作を説明する。

まず、発振器(図示省略)から出射されたレーザビーム(12)を集光レンズ(5)によって集光し、ビーム透過窓(4)を通して真空槽(3)内に導光し、真空槽(3)内に配設された蒸発源保持装置(2)に保持された金属又はセラミックス等の蒸発源(1)に照射する。このとき、真空槽(3)の内部は排気装置(8)によって真空引きされ、真空中度が $10^{-4}$  Torrに設定されているか、あるいは真空引き後に反応ガスが導入されてある圧力の雰囲気下に設定されている。そうすると、蒸発源(1)は、レーザビーム(12)を吸収し、蒸発する。真空中度あるいは雰囲気ガス中に蒸発した蒸気は急冷され、凝固して超微粒子となる。この場合、レーザのエネルギーは、ほとんど蒸発源の蒸発に消費され、真空槽内の加熱は起こらず、また他の製造方法の様に真空槽内(反応ガス)を特に加熱す

部には蒸発源(1)と蒸発源保持装置(2)が配設されている。(4)は真空槽(3)の側部に設けられたビーム透過窓、(4a)は真空槽

(3)に設けられた透過窓保護用ガス送入口で、ビーム透過窓(4)の近傍に位置している。

(5)はビーム透過窓(4)の前方に配設されたレンズの集光系である。(6)は真空槽(3)に設けられた排気ポートで、蒸発源(1)の上方に位置している。(7)は排気ポート(6)に接続された排気管、(8)は真空槽(3)の内部を真空引きする排気装置で、排気管(7)の下流側に設けられている。(9)は超微粒子を回収する超微粒子回収装置で、排気管(7)の排気ポート(6)に接続されている上流側と排気装置(8)が設けられている下流側との間に位置して排気管(7)に設けられている。

(10)は超微粒子回収装置(9)の捕集部、

(11)は超微粒子回収装置(9)の回収部で、捕集部(10)の排気側に接続されている。

(11a)は回収部(11)に内蔵されている

5

6

ることもないため、凝固するまでの時間が短い。従って、粒子同士の衝突による凝集も起こらない。この超微粒子は排気ポート (6) を通って排気管 (7) 内を流れ、排気管 (7) の途中に設けられた超微粒子回収装置 (9) の回収部 (11) で捕捉回収され、超微粒子が製造される。なお、超微粒子の製造中、ビーム透過窓 (4) の近傍の透過窓保護用ガス送入口 (4a) から真空槽 (3) の内部に向けて不活性ガスが吹き込まれ、ビーム透過窓 (4) に超微粒子が付着しないようにしている。

本発明では蒸発源 (1) をレーザビーム (12) の照射により蒸発させるために蒸発源 (1) が高融点材料、絶縁材料等の金属、化合物であっても、充分に蒸発するから、蒸発源 (1) の材質が限定されるということはない。特にセラミックスは  $\text{CO}_2$  レーザの吸収率が非常に良好であるため高能率で蒸発させることができる。また、製造される超微粒子は、真空槽 (3) 内が真空霧団気下或いは  $\text{Ar}$  の不活性ガス霧団気下

のときには蒸発源 (1) と同組成のものが製造され、真空槽 (3) 内が  $\text{O}_2$  ガス、窒素ガス等の反応ガス霧団気下のときには、蒸発源の蒸気と反応ガスとの反応によりこれらの化合物の超微粒子が製造される。更に、レーザビーム (12) を蒸発源 (1) に照射中、蒸発源保持装置 (2) によって蒸発源 (1) を回転揺動させているから、蒸発源 (1) は、長時間のレーザビーム (12) の照射に耐え、蒸発源交換の回数が減少し、能率的であり、かつ均質な超微粒子の製造が可能となる。なお、予めヒータにより蒸発源を加熱しておけば、蒸発源の活性化が促進されると共にレーザビームの急激を照射による蒸発源の破損も防止できる。

第3図は超微粒子回収装置の変形例を示す概略構成図である。この変形例は、超微粒子回収装置の回収部を複数にして連続捕集を可能にしたものである。図において (10) は、1つの捕集部、(11) は第1バルブ (13) を介して捕集部 (10) に接続された第1回収部、

(11<sub>2</sub>) は第2バルブ (13<sub>2</sub>) を介して捕集部 (10) に接続された第2回収部、(11<sub>3</sub>) は第3バルブ (13<sub>3</sub>) を介して捕集部 (10) に接続された第3回収部である。これら第1乃至第3回収部 (11<sub>1</sub>)、(11<sub>2</sub>)、(11<sub>3</sub>) の排気側は、排気装置 (8) に接続されている。

(14) は捕集部 (10) の上流側に設けられた開閉バルブである。

この超微粒子回収装置 (9) の連続捕集について説明すると、まず超微粒子の製造装置が稼動している状態で、開閉バルブ (14) と共に第1バルブ (13<sub>1</sub>) を開け、第2バルブ (13<sub>2</sub>) 及び第3バルブ (13<sub>3</sub>) を閉じた状態にする。そうすると、真空槽 (3) から排気管 (7) へと流れた超微粒子は、捕集部 (10) を通過して第1回収部 (11<sub>1</sub>) に流れ込み、第1回収部 (11<sub>1</sub>) に内蔵されているフィルタ (11a) によつて回収される。第1回収部 (11<sub>1</sub>) のフィルタ (11a) に超微粒子が捕捉され目詰まりを起こしそうになると、第1バルブ (13<sub>1</sub>)

を閉じ、第2バルブ (13<sub>2</sub>) を開けて第2回収部 (11<sub>2</sub>) で超微粒子を回収する。そして、第2回収部 (11<sub>2</sub>) のフィルタ (11a) が詰まれば、第2バルブ (13<sub>2</sub>) を閉じて第3バルブ (13<sub>3</sub>) を開けて第3回収部 (11<sub>3</sub>) で超微粒子を回収する。このように複数個のフィルタ (11a) を使用することによって連続捕集を可能とする。そして、第1乃至第3回収部 (11<sub>1</sub>) ~ (11<sub>3</sub>) のフィルタ (11a) の全てが回収が終了すれば、レーザビーム (12) の蒸発源 (1) への照射を停止すると共に開閉バルブ (14) を閉じ、第1乃至第3バルブ (13<sub>1</sub>) ~ (13<sub>3</sub>) を開いて  $\text{Ar}$  等の不活性ガスを逆に第1乃至第3回収部 (11<sub>1</sub>) ~ (11<sub>3</sub>) の下流側から圧送する。そうすると、第1乃至第3回収部 (11<sub>1</sub>) ~ (11<sub>3</sub>) のフィルターに捕捉された超微粒子は捕集部 (10) の底部に集められる。このとき、フィルタ (11a) の目詰まりは、ほとんど解消されるが、目詰まりが解消されないときにはフィルタ (11a) を交換する。

捕集部(10)の底部に集められた超微粒子は捕集部(10)の底部を取り外して外部に取り出す。安定化処理が必要な場合は、捕集部(10)の底部をAr雰囲気に密閉したままとりはずし、徐酸化処理後、大気中に取り出すことも可能である。従つて、製造された超微粒子を真空槽(3)内の真空をリークすることなく外部に取り出すことができ、しかもこのとき、フィルタ(11a)の目詰も防止できるから、生産効率の向上が図れる。

なお、回収部(11)の個数は収集量に応じて個数を決定する。

以下、この実施例の超微粒子の製造装置により超微粒子を製造した具体例を説明する。

#### (具体例1)

蒸発源(1)として、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体(純度99.99%)を使用し、真空槽(3)の内部を $1 \times 10^{-4}$  Torrまで真空引きした後に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の蒸発源(1)に、レーザ出力1kW、波長10.6 μmのCO<sub>2</sub>レーザである

11

レーザビーム(12)を蒸発源上でのビーム径が約10mmとなるように照射して、超微粒子を生成した。

レーザビーム(12)を10分間照射後、回収部(11)のフィルタ(11a)によって回収された超微粒子を秤量したところ、19.5gであつた。生成速度は117.0g/hとなり、従来の製造法に比して著しく大きい。

この具体例の粒度分布を第4図のグラフに示すが、30±10nmに約90%存在しており、粒子同士の衝突による凝集も起こっていないことがわかる。

#### (具体例2)

蒸発源(1)としてZrO<sub>2</sub>を使用し、真空槽(3)の内部を、 $1 \times 10^{-4}$  Torrまで真空引きした後に、O<sub>2</sub>ガスを導入して、真空中度を0.1 Torrに設定した後に、ZrO<sub>2</sub>の蒸発源(1)にレーザ出力1kW、波長10.6 μmのCO<sub>2</sub>レーザであるレーザビーム(12)を蒸発源上でのビーム径が約10mmとなるように

12

照射して超微粒子を生成した。

レーザビーム(12)を10分間照射後、回収部(11)のフィルタ(11a)によって回収された超微粒子を秤量したところ、17.5gであった。このときの超微粒子の平均粒径は35nmであった。

#### (発明の効果)

この発明は以上説明したように、レーザビームをビーム透過窓を通して真空槽内に導光し、金属又はセラミックス等からなる蒸発源に照射して蒸発させるようにしたので、蒸発源の蒸気化が容易に図れ、蒸発源の物質が限定されないという効果がある。

また、レーザビームを蒸発源に照射中、蒸発源を蒸発源保持装置によって回転揺動させてるので、蒸発源は長時間のレーザビームの照射に耐え、蒸発源の交換回数が減少して能率的且つ均質な超微粒子が得られるという効果がある。

更に、蒸発源から発生した蒸気を真空槽内の真空或いは反応雰囲気下で急冷して凝固させる

ようにしたので、粒子同士の衝突による凝集も

起こらず、粒径が均一な超微粒子が得られる

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の一実施例を示す概略構成図、第2図は超微粒子回収装置を示す概略構成図、第3図は超微粒子回収装置の変形例を示す概略構成図、第4図は本発明と従来例による超微粒子の粒度分布を示すグラフである。

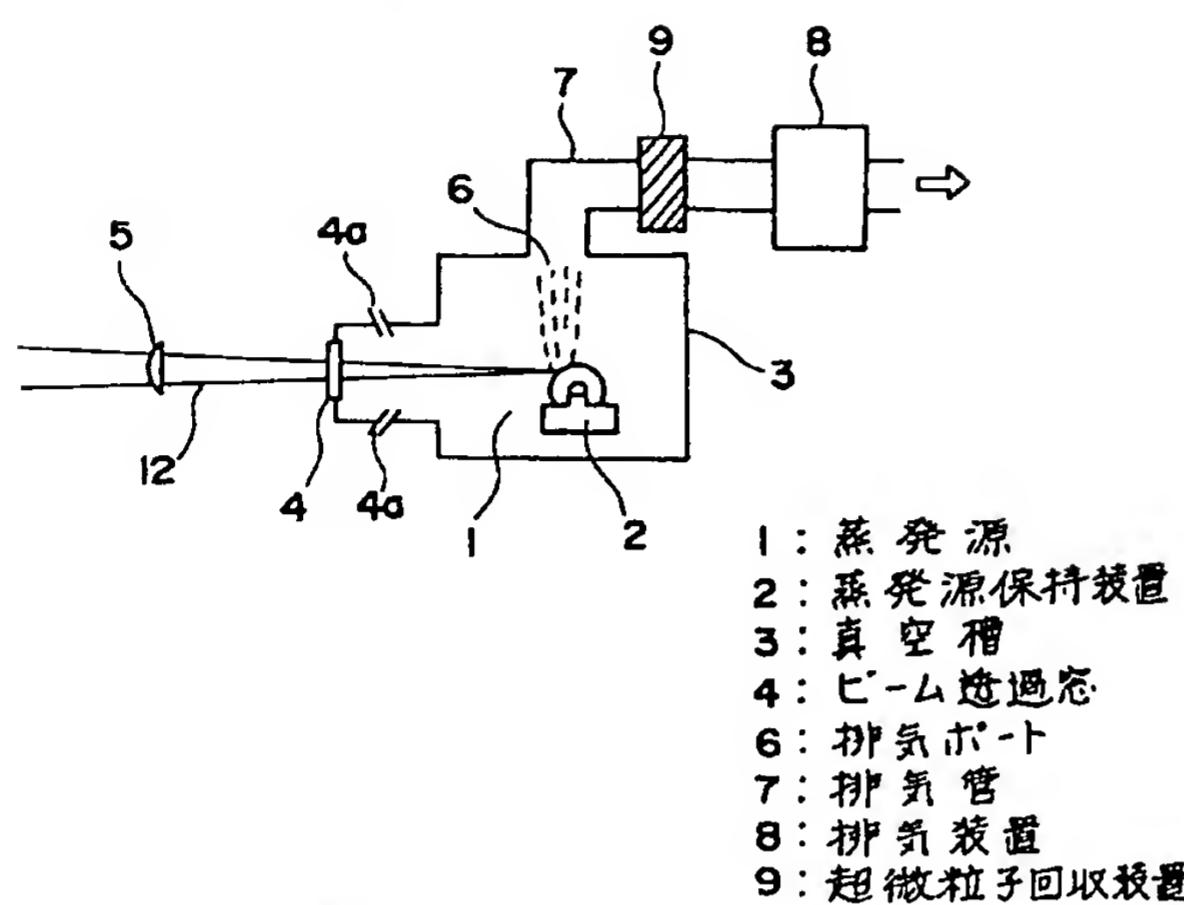
図において、(1)は蒸発源、(2)は蒸発源保持装置、(3)は真空槽、(4)はビーム透過窓、(6)は排気ポート、(7)は排気管、(8)は排気装置、(9)は超微粒子回収装置、(12)はレーザビームである。

代理人弁理士佐々木宗治

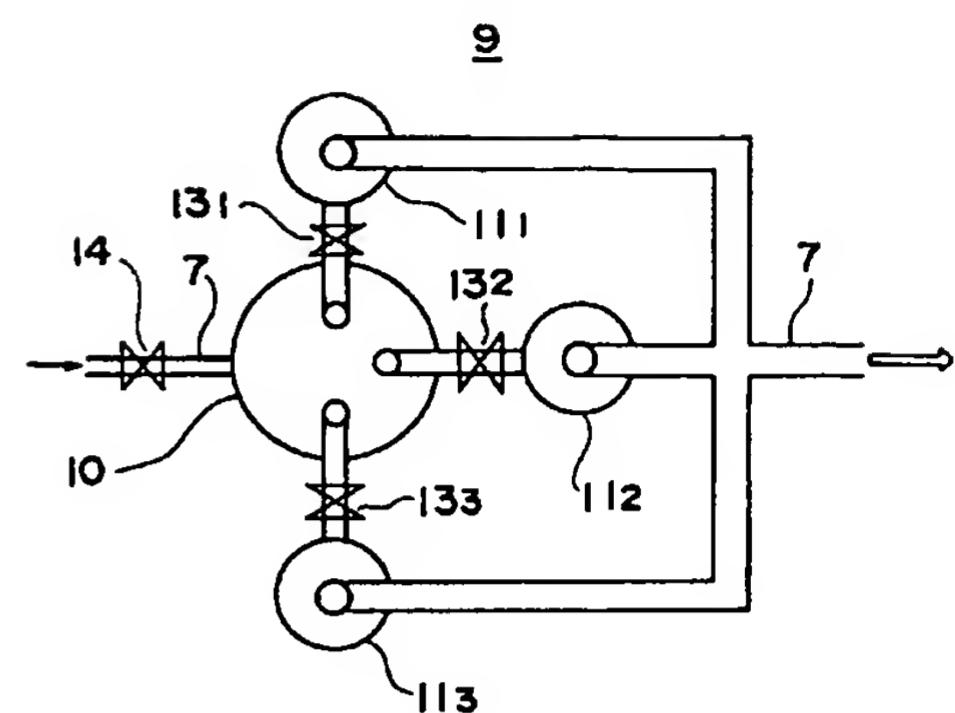
13

14

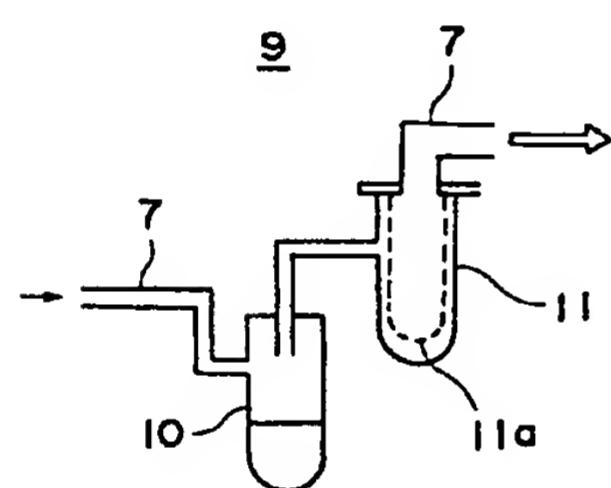
第1図



第3図



第2図



第4図

